



Pupuk NPK padat



© BSN 2012

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun serta dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan normatif.....	1
3 Istilah dan definisi	1
4 Syarat mutu	1
5 Pengambilan contoh	2
6 Cara uji	2
7 Syarat lulus uji	19
8 Penandaan	20
9 pengemasan	20
Bibliografi	21



Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) *Pupuk NPK padat* ini merupakan revisi SNI 2803-2010, *Pupuk NPK padat*.

Standar ini disusun berdasarkan Program Pemerintah khususnya dalam rangka perlindungan konsumen dan produsen pupuk serta mendukung perkembangan agro industri.

Standar ini disusun oleh *Panitia Teknis 71-01, Teknologi Kimia* - Kementerian Perindustrian yang telah dibahas dalam rapat teknis dan rapat konsensus pada tanggal 8 Desember 2011 di Jakarta, yang dihadiri oleh wakil dari produsen, konsumen, pemerintah, pakar dan instansi terkait lainnya.

Standar ini telah melalui proses jajak pendapat pada tanggal 27 Maret 2012 sampai dengan tanggal 27 Mei 2012.



Pupuk NPK padat

1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan syarat mutu dan metode pengujian pupuk anorganik NPK padat.

2 Acuan normatif

SNI 0428, *Petunjuk pengambilan contoh padatan*

3 Istilah dan definisi

3.1

Pupuk NPK padat

adalah pupuk anorganik majemuk buatan berbentuk padat yang mengandung unsur hara makro utama nitrogen, fosfor dan kalium serta dapat diperkaya dengan unsur hara mikro lainnya

4 Syarat mutu

Syarat mutu pupuk NPK Padat sesuai dengan Tabel 1 di bawah ini.

Tabel 1 – Spesifikasi syarat mutu

No.	Uraian	Satuan	Persyaratan
1.	Nitrogen Total *	%	Min. 6
2.	Fosfor total sebagai P_2O_5 *	%	Min. 6
3.	Kalium sebagai K_2O *	%	Min. 6
4.	Jumlah kadar N, P_2O_5 , K_2O *	%	Min. 30
5.	Kadar air (b/b)	%	Maks. 3
6.	Cemaran logam berat:		
	- Merkuri (Hg)	mg/kg	Maks. 10
	- Kadmium (Cd)	mg/kg	Maks. 100
	- Timbal (Pb)	mg/kg	Maks. 500
7.	Arsen (As)	mg/kg	Maks. 100
Keterangan: * adalah jenis uji 1 sampai dengan 3 adbk (atas dasar berat kering). CATATAN Toleransi hasil uji laboratorium masing-masing unsur hara N, P_2O_5 dan K_2O maksimal 8 % di bawah formula.			

5 Pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SNI 0428.

6 Cara uji

6.1 Penyiapan contoh uji

Siapkan contoh uji sebanyak ≥ 225 g. Haluskan contoh uji sampai semua contoh sebanyak ≥ 225 g lolos ayakan dengan diameter lubang 0,841 mm (*Mesh* No. 20) untuk pupuk campuran atau bahan pupuk yang mudah menyerap air/lembab dan lolos ayakan dengan diameter lubang 0,42 mm (*Mesh* No. 40) untuk pupuk campuran atau bahan pupuk yang tidak mudah menyerap air/mudah diayak/kering.

Haluskan contoh secepat mungkin untuk menghindari pengaruh kelembaban. Aduk rata contoh halus dan simpan contoh dalam botol tutup rapat.

6.2 Nitrogen total

6.2.2 Prinsip

Nitrogen dalam contoh dihidrolisis dengan asam sulfat membentuk senyawa ammonium sulfat. Nitrat dengan asam salisilat membentuk nitrosalisilat, kemudian direduksi dengan tiosulfat membentuk senyawa ammonium. Suling senyawa ammonium dalam suasana alkali, tampung hasil sulingan dalam larutan asam borat. Titrasi dengan larutan asam sulfat sampai warna hijau berubah menjadi merah jambu.

6.2.3 Pereaksi

- Air suling;
- Larutan asam sulfat salisilat : 25 g asam salisilat dilarutkan hingga 1 Liter H_2SO_4 pekat;
- NaOH 40 % : 40 g NaOH dilarutkan dengan air suling hingga 100 mL;
- Natrium tiosulfat, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$;
- Larutan asam borat 1 % : 1 g asam borat dilarutkan hingga 100 mL dengan air suling;
- Larutan asam sulfat, H_2SO_4 0,05 N;
- Indikator *Conway* : 0,15 g brom cresol hijau dan 0,10 g metil merah dilarutkan hingga 100 mL dengan etanol.

6.2.4 Peralatan

- Neraca analitis;
- Labu ukur 100 mL, 500 mL & 1000 mL;
- Pipet ukur 20 mL & 25 mL;
- Pipet ukur 25 mL;
- Buret 25 mL;
- Labu Kjeldahl;
- Peralatan destruksi & destilasi;

- Erlenmeyer 500 mL;
- Termometer 300 °C.

6.2.5 Prosedur

- Timbang 0,5 g contoh (dari penyiapan contoh uji 6.1) dan masukkan ke dalam labu Kjeldahl;
- Tambahkan 25 mL larutan asam sulfat – salisilat, goyang hingga tercampur rata;
- Tambahkan 4 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ kemudian panaskan pada suhu rendah hingga gelembung habis. Naikkan suhu secara bertahap sampai suhu maksimal 300°C (sekitar 2 jam) dan biarkan dingin;
- Encerkan dengan air suling, pindahkan ke dalam labu ukur 500 mL, dinginkan dan encerkan dengan air suling hingga tanda garis, lalu kocok sampai homogen;
- Pipet 25 mL larutan tersebut masukkan ke dalam labu Kjeldahl, tambahkan 150 mL air suling dan batu didih, tambahkan 3 tetes indikator PP, lalu pasang pada alat destilasi;
- Pasang erlenmeyer penampung destilat yang berisi 20 mL asam borat 1% dan 3 tetes indikator campuran Conway, ujung pendingin harus terendam larutan penampung;
- Lakukan penyulingan larutan tersebut dalam suasana alkali dengan penambahan NaOH 40 % (sampai larutan berwarna merah);
- Hentikan penyulingan bila volume destilat sudah mencapai volume ± 100 mL, atau mencapai volume ± 400 mL, bila menggunakan alat destilasi;
- Titar hasil destilasi dengan larutan H_2SO_4 0.05 N hingga titik akhir titrasi tercapai (warna hijau berubah menjadi merah jambu) dan catat volume larutan H_2SO_4 0.05 N yang dipakai;
- Lakukan penetapan larutan blanko.

6.2.6 Perhitungan

$$\text{Nitrogen total, adbk \%} = \left\{ \frac{(V_1 - V_2) \times N \times 14.008 \times P \times 100}{W} \right\} \times \left\{ \frac{100}{(100 - KA)} \right\}$$

Keterangan:

- V_1 = Volume larutan H_2SO_4 0,05 N yang dipakai pada penetapan contoh, mL;
 V_2 = Volume larutan H_2SO_4 0,05 N yang dipakai pada penetapan blanko, mL;
 N = Normalitas H_2SO_4 0,05 N yang dipakai sebagai titran;
 14.008 = Berat atom nitrogen;
 P = Pengenceran;
 W = Berat contoh, dalam mg;
 KA = Kadar air, %.

6.3 Unsur hara fosfor sebagai P_2O_5

6.3.1 Prinsip

Kadar P_2O_5 ditentukan secara spektrofotometri. Ortofosfat yang terlarut direaksikan dengan ammonium molibdovanadat membentuk senyawa kompleks molibdo - vanadat asam fosfat berwarna kuning. Intensitas yang terbentuk diukur dengan alat spektrofotometer pada panjang gelombang 400 nm.

6.3.2 Pereaksi

- Asam nitrat (HNO_3) pa;
- Asam perklorat ($HClO_4$) pa 70 % – 72 %;
- Larutan molibdovanadat;
Larutkan 40 g amonium molibdate tetrahidrat $(NH_4)_6 Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$ dalam 400 mL air suling panas, lalu dinginkan. Larutkan 2 g amonium metavanadat (NH_4VO_3) dalam 250 mL air suling panas, lalu dinginkan, tambahkan dengan 450 mL $HClO_4$ 70 %. Tambahkan larutan amonium molibdate sedikit demi sedikit ke dalam larutan amonium metavanadat sambil diaduk dan encerkan hingga volume 2 Liter lalu homogenkan.
- Larutan standar fosfat (P_2O_5 0.4 mg/mL ~ 1.0 mg/mL.).
Keringkan KH_2PO_4 murni (52,15 % P_2O_5) selama 2 jam pada Oven 105 °C. Siapkan larutan yang mengandung 0,4 mg P_2O_5 /mL ~ 1,0 mg P_2O_5 /mL dengan interval 0,1 mg dengan cara menimbang 0,0767 g, 0,0959 g, 0,1151 g, 0,1342 g, 0,1534 g, 0,1726 g dan 0,1918 g KH_2PO_4 dan encerkan masing – masing hingga volume 100 mL dengan air suling. Larutan dapat diawetkan dengan penambahan 2 mL - 3 mL HNO_3 untuk tiap 1 liter larutan. Siapkan larutan yang baru yang mengandung 0,4 mg P_2O_5 /mL dan 0,7 mg P_2O_5 /mL setiap minggu.

6.3.3 Peralatan

- Neraca analitis;
- Pengering listrik;
- Labu ukur 100 mL, 500 mL & 2 liter;
- Pipet ukur 5 mL., 10 mL., 15 mL dan 50 mL;
- Pipet skala 5 mL, 10 mL dan 20 mL;
- Spektrofotometer;
- Gelas piala 100 mL, 250 mL, 500 mL dan 1000 mL;
- Corong Ø 7 cm;
- Erlenmeyer 250 mL, 500 mL;
- Kertas saring bebas abu No. 40.

6.3.4 Prosedur

6.3.4.1 Persiapan larutan contoh

Timbang teliti 1 g contoh halus (dari penyiapan contoh uji 6.1), masukkan ke dalam gelas piala 250 mL, tambahkan dengan 20 mL – 30 mL HNO_3 p.a. Didihkan perlahan – lahan selama 30 menit - 45 menit untuk mengosidasi bahan yang muda teroksidasi, dinginkan,

tambahkan 10 mL – 20 mL HClO_4 70 % – 72 %. Didihkan perlahan – lahan sampai larutan tidak berwarna dan timbul asap putih pada gelas piala, dinginkan. Tambahkan 50 mL air suling dan didihkan beberapa menit, dinginkan. Pindahkan seluruhnya ke dalam labu ukur 500 mL, tepatkan dengan air suling hingga tanda tera, kocok sampai homogen. Saring melalui kertas saring bebas abu No. 40 ke dalam erlenmeyer yang kering.

6.3.4.2 Penetapan

- Pipet 5 mL larutan contoh dan masing – masing larutan standar fosfat (P_2O_5 0,4 mg/mL ~ 1,0 mg/mL) masukkan kedalam labu ukur 100 mL;
- Tambahkan 45 mL air suling, diamkan selama 5 menit;
- Tambahkan 20 mL pereaksi amonium molibdovanadat, kemudian tepatkan dengan air suling hingga tanda tera dan kocok;
- Biarkan pengembangan warna selama 10 menit;
- Lakukan pengerjaan larutan blangko;
- Optimasi spektrofotometer pada panjang gelombang 400 nm;
- Baca absorbansi larutan contoh dan standar pada spektrofotometer;
- Buat kurva standar;
- Hitung kadar P_2O_5 dalam contoh.

6.3.5 Perhitungan

$$\text{Kadar fosfor sebagai } \text{P}_2\text{O}_5, \text{ adbk } \% = \left(\frac{C \times P}{W} \right) \times \left(\frac{100}{100 - KA} \right)$$

Keterangan:

- C = mg P_2O_5 dari pembacaan kurva standar;
P = Pengenceran;
W = Berat contoh, mg;
KA = Kadar air, %.

6.4 Unsur hara kalium sebagai K_2O

6.4.1 Metode titrimetri

6.4.1.1 Prinsip

Kalium bereaksi dengan sodium tetrafenilborat dalam suasana basah lemah, membentuk endapan kalium tetrafenilborat, kelebihan sodium tetrafenilborat dititar dengan benzalkonium klorida.

6.4.1.2 Pereaksi

- Larutan $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 4 %;
- Larutan formaldehid 37 %;
- Larutan natrium hidroksida 20 %;
- Larutan 20 g NaOH dalam 100 mL air suling;

SNI 2803-2012

- Indikator fenolftalein (PP) 0,1 %;
- Larutan sodium tetrafenilborat (STPB) 1,5 %;

Larutkan 15 g $\text{NaB}(\text{C}_6\text{H}_5)_4$ dalam 800 mL air suling, tambahkan 20 g - 25 g $\text{Al}(\text{OH})_3$, aduk 5 menit dan saring dengan menggunakan kertas saring bebas abu No. 42 dan ekivalen, masukkan dalam labu ukur 1 Liter, filtrat tambahkan 2 mL NaOH 20 %, tepatkan hingga 1 Liter dengan air suling. Aduk, biarkan dua hari, kerjakan standarisasi;

- Benzalkonium klorida (BAC) 0,625 %;

Larutkan 38 mL benzalkonium klorida (BAC) dalam air suling menjadi 1 Liter, aduk dan kerjakan standarisasi;

- Indikator Titan kuning 0,04 %;

Larutkan 0,04 mg Titan kuning dalam 100 mL air suling.

6.4.1.3 Peralatan

- Neraca analitik;
- Pengering listrik;
- Labu ukur 100 mL, 250 mL & 1 Liter;
- Pipet ukur 5 mL, 10 mL, 15 mL, 20 mL, 25 mL dan 50 mL;
- Pipet skala 5 mL, 10 mL, 25 mL;
- Spektrofotometer;
- Gelas piala 250 mL, 1000 mL;
- Corong Ø 7 cm;
- Buret semimikro 10 mL;
- Kertas saring bebas abu No. 42 dan ekivalen.

6.4.1.4 Standarisasi larutan

- a. Benzalkonium klorida (BAC) 0,625 %

Dalam erlenmeyer 125 mL terdapat 1 mL larutan STPB, tambahkan 20 mL ~ 25 mL air suling, 1 mL NaOH 20 %, 2,5 mL HCOH , 1,5 mL larutan $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 4 % dan 6 tetes - 8 tetes indikator Titan kuning 0,04 %. Titrasi dengan larutan BAC sampai titik akhir berwarna merah, gunakan buret semi mikro 10 mL.

(Larutan BAC 2 mL = 1 mL larutan STPB)

- b. Larutan sodium tetrafenilborat

Larutkan 2,5 g KH_2PO_4 dengan air suling dalam labu ukur 250 mL, tambahkan 50 mL larutan $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 4 %, tepatkan sampai tanda tera dan homogenkan.

Ambil 15 mL larutan tersebut masukkan dalam 100 mL labu ukur, tambahkan 2 mL NaOH 20 %, 5 mL HCOH dan 43 mL larutan STPB, tepatkan dengan air suling, homogenkan dan biarkan 5 menit -10 menit dan saring.

Ambil 50 mL filtrat masukkan dalam erlenmeyer 125 mL, tambahkan 6-8 tetes indikator Titan kuning dan titrasi kelebihan larutan dengan larutan BAC.

Perhitungan :

$$\text{Faktor, mg K}_2\text{O/mL larutan STPB} = \frac{34,61}{(43 \text{ mL} - \text{mL BAC})}$$

6.4.1.5 Prosedur

- Timbang teliti 2,5 g contoh halus (dari penyiapan contoh uji 6.1) dalam 250 mL gelas piala;
- Tambahkan 50 mL larutan $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 4 %, 125 mL air suling, didihkan selama 30 menit, dan dinginkan;
- Pindahkan ke dalam labu ukur 250 mL, tepatkan sampai tanda tera dengan air suling;
- Saring atau diamkan hingga jernih;
- Ambil 15 mL larutan tersebut, masukkan dalam labu ukur 100 mL;
- Tambahkan 2 mL NaOH 20 %, 5 mL HCOH;
- Tambahkan 1 mL STPB untuk tiap 1 % K_2O , tambahkan 8 mL untuk berlebihan;
- Tepatkan sampai tanda tera dengan air suling, aduk dan biarkan 5 menit – 10 menit, saring dengan kertas saring Whatman No. 42;
- Ambil 50 mL filtrat masukkan ke dalam erlenmeyer 125 mL, tambahkan 6 tetes – 8 tetes indikator titan kuning dan titar dengan larutan standar BAC

6.4.1.6 Perhitungan

$$\text{Kadar kalium sebagai K}_2\text{O, adbk \%} = (\text{mL Penambahan STPB} - \text{mL BAC}) \times \left(\frac{100}{100 - KA} \right)$$

Keterangan:

KA = kadar air, %

6.4.2 Metode *flame photometer* atau spektrofotometer serapan atom

6.4.2.1 Prinsip

Penetapan kalium terlarut secara *Flame Photometer* atau Spektrofotometer Serapan Atom.

6.4.2.2 Preaksi

- Asam perklorat, HClO_4 pa;
- Asam nitrat, HNO_3 pa;
- Larutan standar kalium 1 mg K/mL;
Larutkan 3,4886 g KH_2PO_4 atau 1,907 g KCl atau 2,228 g K_2SO_4 (yang sebelumnya dipanasi pada suhu 105°C) dengan air suling dan encerkan hingga 1 L, buat deret standar sesuai kebutuhan dari larutan standar kalium 1 mg K/mL.
- Larutan supresor kalium;
Larutkan 25,34 g cesium chloride (CsCl) atau 29,33 g cesium n(CsNO_3) dengan air suling dan encerkan hingga 1 Liter.
- Air suling.

6.4.2.3 Peralatan

- Spektrofotometer Serapan Atom (SSA), atau *Flame Photometer*;
- *Hollow Cathode Lamp* (lampu katoda cekung) untuk kalium;
- Neraca analitik;
- Pemanas listrik;
- Gelas piala 300 mL;
- Labu ukur 100 mL, 250 mL, 500 mL & 1 Liter;
- Pipet gondok 1 mL, 2 mL, 3 mL, 4 mL, 5 mL, 6 mL, 8 mL dan 10 mL;
- Corong Ø 7 cm;
- Pipet skala 5 mL;
- Kertas saring bebas abu No. 42 dan ekuivalen.

6.4.2.4 Cara kerja

- Timbang teliti sekitar 1 g contoh halus (dari penyiapan contoh uji 6.1) dan masukkan dalam gelas piala 100 mL;
- Tambahkan 10 mL HClO₄ p.a dan 6 mL HNO₃ p.a., panaskan hingga timbul asap putih selama 5 menit;
- Dinginkan, masukkan ke dalam labu ukur 500 mL, himpitkan dengan air suling hingga tanda tera, kocok sampai homogen;
- Saring dengan kertas saring bebas abu No. 42 dan ekuivalen ke dalam erlenmeyer yang kering;
- Pipet larutan contoh sesuai kebutuhan dan masukkan ke dalam labu ukur 100 mL;
- Tambahkan 5 mL larutan supressor dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis dan kocok;
- Lakukan pengerjaan larutan blanko;
- Ukur konsentrasi kalium dengan SSA atau dengan *Flame Photometer*;
- Hitung kadar K₂O dalam contoh.

6.4.2.5 Perhitungan

$$\text{Kadar kalium sebagai K}_2\text{O, adbk \%} = \left(\frac{C \times P \times 1,2046 \times 100}{W} \right) \times \left(\frac{100}{100 - KA} \right)$$

Keterangan:

- C = mg. K dari pembacaan kurva standar;
- P = Faktor pengenceran;
- 1.2046 = Faktor konversi K₂O terhadap K (K₂O / 2K);
- W = Berat contoh, mg;
- KA = Kadar air, %.

6.5 Kadar air

6.5.1 Metode *Karl Fisher*

6.5.1.1 Prinsip

Contoh didispersikan kedalam metanol kemudian dititrasi dengan pereaksi Karl Fisher yang telah diketahui ekuivalen kadar airnya.

6.5.1.2 Pereaksi

- Karl Fisher (titran);
- Metanol dengan kadar air maksimum 0,1 %, atau pereaksi Karl Fisher.

6.5.1.3 Peralatan

- Neraca analitik;
- Alat aquameter;
- Botol timbang;
- Pipet ukur 50 mL.

6.5.1.4 Cara kerja

- Pipet 20 mL metanol atau 20 mL larutan pereaksi Karl Fisher masukkan ke dalam labu titrasi (ujung elektrode terendam);
- Titar dengan larutan pereaksi Karl Fisher sampai titik akhir tercapai;
- Timbang 0,1 g air suling, masukkan kedalam labu titrasi, teruskan penitaran sampai titik akhir tercapai;
- Hitung faktor kadar air dari pereaksi Karl Fisher (F);
- Perhitungan :

$$\text{Faktor Karl Fisher (mg H}_2\text{O/mL KF)} = \left(\frac{W}{V} \right)$$

Keterangan:

W = Berat air, mg;

V = Volume pereaksi titran Karl Fisher yang digunakan untuk titrasi air suling, mL.

- Keluarkan atau kosong larutan dari labu titrasi;
- Pipet 20 mL metanol atau 20 mL larutan pereaksi *solvent* Karl Fisher masukkan ke dalam labu titrasi (ujung elektrode terendam);
- Timbang teliti 2 g - 3 g contoh, masukkan ke dalam labu titrasi aduk sampai homogen;
- Titar dengan larutan pereaksi Karl Fisher sampai titik akhir tercapai;
- Hitung kadar air dalam contoh.

6.5.1.5 Perhitungan

$$\text{Kadar Air, \%} = \left(\frac{V \times F \times 100}{W} \right)$$

Keterangan:

V = Volume pereaksi titran Karl Fisher yang digunakan untuk titrasi contoh, mL;

F = Faktor Karl fisher, mg air/mL pereaksi Karl Fisher;

W = Berat contoh, mg.

6.5.2 Metode destilasi

6.5.2.1 Prinsip

Pemisahan azeotropik air dengan pelarut organik.

6.5.2.2 Pereaksi

- Xylol;
- Toluene.

6.5.2.3 Peralatan

- Neraca analitik;
- Labu didih 50 mL;
- Batu didih;
- Penangas listrik;
- Alat Aufhauser;
- Labu takar 50 mL;
- Botol timbang.

6.5.2.4 Cara kerja

- Timbang teliti 40 g – 50 g contoh, masukkan kedalam labu didih 500 mL dan tambahkan 300 mL xylol serta batu didih;
- Sambungkan dengan alat Aufhauser dan panaskan diatas penangas listrik selama satu jam, dihitung sejak mulai mendidih;
- Matikan penangas listrik dan biarkan alat Aufhauser mendingin;
- Bilas alat pendingin dengan xylol atau toluene;
- Baca volume air pada skala Aufhauser;
- Hitung kadar air dalam contoh.

6.5.2.5 Perhitungan

$$\text{Kadar air, \%} = \left(\frac{V \times 100}{W} \right)$$

Keterangan:

V = Volume air pada skala Aufhauser, mL;

W = Berat contoh, g.

6.6 Uji cemaran logam**6.6.1 Merkuri (Hg)****6.6.1.1 Prinsip**

Merkuri dioksidasi dengan asam nitrat dan asam sulfat menjadi ion merkuri, kemudian direduksi dengan hidrosilamin hidroklorida menjadi logam merkuri, dilanjutkan dengan analisa serapan atom uap dingin pada panjang gelombang 253,7 nm.

6.6.1.2 Pereaksi

- Larutan standar Hg 1000 mg/Kg & 1000 µg/Kg;
- Air suling;
- Asam nitrat (HNO₃) pekat;
- Asam sulfat (H₂SO₄) pekat;
- Larutan kalium permanganat (KMnO₄) 0,5 %;
- Pelarut reduktor;
- 0,3 % NaBH₄ dalam 0,5 % NaOH, larutkan 1,5 g NaBH₄ dan 2,5 g NaOH dalam 500 mL air suling, atau
- 25 % SnCl₂ dalam 20 % HCl, larutkan 50 g SnCl₂.H₂O ke dalam piala gelas 200 mL. Tambah 100 mL HCl 37 %, tambahkan air suling sampai volume 200 mL;
- Larutan HCl 5 M;
- Larutan natrium klorida hidrosilamin sulfat : larutkan 120 g natrium klorida (NaCl) dan 120 g hidrosilamin sulfat (NH₃OH)₂SO₄ dalam 1 Liter air.

6.6.1.3 Peralatan

- SSA yang dilengkapi peralatan VGA (*Vapor Generation Accessory Methode*) atau *Mercury Vapour Unit*;
- Lampu katoda cekung untuk Hg;
- Peralatan untuk refluk;
- Neraca analitik;
- Pipet ukur: 0,5 mL, 1 mL, 2 mL, 2,5 mL, 5 mL, dan 10 mL;
- Labu ukur 50 mL, 100 mL, 1000 mL.

6.6.1.4 Prosedur

6.6.1.4.1 Penyiapan contoh

- Timbang teliti sebanyak 5 - 10 g contoh halus (dari penyiapan contoh uji 6.1) ke dalam labu destruksi tertutup asah yang dapat dihubungkan dengan pendingin refluks, basahi contoh dengan ± 5 mL air suling dan tambahkan beberapa batu didih;
- Tambah (10-20) mL HNO_3 (asam nitrat) pekat dan 10 mL H_2SO_4 (asam sulfat) pekat;
- Hubungkan dengan pendingin tegak, direkomendasikan untuk mendinginkan selama satu malam;
- Panaskan kurang lebih satu jam;
- Hentikan pemanasan bila muncul uap putih, dinginkan, tambahkan 2 mL larutan KMnO_4 (dalam hal pupuk mengandung zat organik, tambahkan 1 g KMnO_4) hingga warna stabil minimal 10 menit;
- Dinginkan, pindahkan ke dalam labu 100 mL sambil membilas refluks;
- Tambah tetes demi tetes larutan hidroksilamin hidroklorida hingga warna KMnO_4 tidak muncul lagi (tepat hilang);
- Tepatkan hingga tanda batas dengan air suling bebas merkuri;
- Larutan siap diukur dengan alat SSA yang dilengkapi peralatan VGA atau *Mercury Vapour Unit*.

6.6.1.4.2 Pembuatan larutan standar

- A. Larutan standar baku Hg 1000 $\mu\text{g/Kg}$.
- Pipet 1 mL larutan induk Hg 1000 mg/Kg ke dalam labu ukur 1000 mL;
 - Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1 N).
- B. Larutan standar kerja Hg 0,0 $\mu\text{g/Kg}$, 20 $\mu\text{g/Kg}$, 40 $\mu\text{g/Kg}$, 60 $\mu\text{g/Kg}$, 80 $\mu\text{g/Kg}$, 100 $\mu\text{g/Kg}$.
- Pipet sesuai kebutuhan larutan induk Hg 1000 $\mu\text{g/Kg}$ ke dalam labu ukur 100 mL;
 - Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1 N).

6.6.1.4.3 Pengukuran

- Siapkan peralatan SSA yang dilengkapi peralatan VGA atau *Mercury Vapour Unit* dan optimalkan sesuai dengan petunjuk penggunaan peralatan;
- Posisikan peralatan pada absorban 0 (nol) dengan larutan blangko, ukur absorban larutan standar dan contoh;
- Buat kurva kalibrasi larutan standar (setiap kali melakukan pengujian);
- Hitung kadar Hg dalam contoh.

6.6.1.5 Pengendalian mutu hasil uji

- Larutan pengujian minimal duplo, dengan perbedaan antara keduanya tidak boleh lebih dari 8 % *Ratio Standard Deviation* (RSD);
- Lakukan pemantauan unjuk kerja SSA dengan frekuensi tertentu;
- Lakukan uji recovery/temu balik dengan frekuensi tertentu, dengan kisaran/rentang % *recovery* adalah 89 % - 115 %.

6.6.1.6 Perhitungan

$$\text{Kadar Merkuri (Hg), mg/Kg} = \left(\frac{C \times P \times V}{W \times 1000} \right)$$

Keterangan:

- C = adalah konsentrasi (mg/Kg) Hg hasil plotting dari kurva kalibrasi atau melalui persamaan garis kurva standar;
 P = adalah faktor pengenceran;
 W = adalah bobot contoh, g;
 V = adalah volume akhir labu, mL.

6.6.2 Kadmium (Cd)

6.6.2.1 Prinsip

Analisis kadmium dengan SSA berdasarkan pada proses penyerapan energi radiasi atom pada panjang gelombang 228,8 nm.

6.6.2.2 Peralatan

- SSA;
- Lampu katoda cekung untuk Cd;
- Labu ukur 100 mL, 500 mL, 1000 mL;
- Pipet volume 1,0 mL, 2,0 mL, 3,0 mL, 5,0 mL, 10,0 mL dan 25,0 mL;
- Kaca arloji sesuai dengan ukuran volume gelas piala yang digunakan;
- Gelas piala 125 mL;
- Neraca analitik.

6.6.2.3 Pereaksi

- Larutan standar induk Cd 1000 mg/Kg;
- Air suling;
- Asam nitrat (HNO₃) pekat;
- Asam klorida (HCl) pekat, sp.gr 1,18;
- Asam perklorat (HClO₄) pekat, sp.gr 1,55.

6.6.2.3 Cara kerja

6.6.2.3.1 Penyiapan contoh

A. Pupuk anorganik dan rock fosfat

- Timbang contoh (2 - 5) g contoh halus (dari penyiapan contoh uji 6.1) ke dalam gelas piala 125 mL;
- Tambah 30 mL asam klorida (HCl) pekat dan 10 mL asam nitrat (HNO₃) pekat;
- Tutup dengan kaca arloji yang sesuai. Panaskan hingga mendidih lebih kurang 30 menit, buka kaca arloji penutup, biarkan kelebihan uap asam menguap dan dinginkan;

SNI 2803-2012

- Tambahkan lebih kurang 25 mL HCl (1 + 5), panaskan hingga larut semua;
- Pindahkan ke dalam labu ukur 100 mL sambil dibilas dengan air suling;
- Tepatkan hingga tanda batas dengan air suling dan bila perlu disaring;
- Larutan siap diukur dengan alat SSA.

B. Contoh yang mengandung silika tinggi

- Timbang (2 - 5) g contoh halus (dari penyiapan contoh uji 6.1) ke dalam gelas piala 125 mL;
- Basahi contoh dengan \pm 5 mL air suling ;
- Tambahkan 5 mL asam nitrat (HNO_3) pekat dan 10 mL asam perklorat (HClO_4) pekat;
- Tutup dengan kaca arloji yang sesuai. Panaskan hingga mendidih lebih kurang 30 menit. Ambil sewaktu waktu digoyang untuk melarutkan zat yang tidak larut. Buka kaca arloji penutup, biarkan kelebihan uap asam menguap dan dinginkan;
- Tambahkan lebih kurang 25 mL HCl (1+5), panaskan hingga larut semua;
- Pindahkan ke dalam labu ukur 100 mL sambil dibilas dengan air suling;
- Tepatkan hingga tanda batas dengan air suling dan bila perlu disaring;
- Larutan siap diukur dengan alat SSA.

C. Pupuk yang mengandung zat organik

- Timbang (2 - 5) g contoh halus (dari penyiapan contoh uji 6.1) ke dalam gelas piala 125 mL;
- Tambah 15 mL asam klorida (HCl) pekat dan 5 mL asam nitrat (HNO_3) pekat;
- Tutup dengan kaca arloji yang sesuai. Panaskan secara perlahan di atas pemanas listrik, bila timbul busa maka hentikan pemanasan dan biarkan dingin kemudian tambahkan 15 mL asam klorida (HCl) pekat dan 5 mL asam nitrat (HNO_3) pekat sambil membilas bagian dinding gelas piala;
- Panaskan kembali hingga larut sempurna sambil sewaktu waktu digoyang untuk melarutkan zat yang tidak larut;
- Buka kaca arloji penutup, biarkan kelebihan uap asam menguap dan dinginkan;
- Bila tidak timbul busa, langsung tambahkan lebih kurang 25 mL HCl (1 + 5);
- Panaskan hingga larut semua, pindahkan ke dalam labu ukur 100 mL sambil dibilas dengan air suling;
- Tepatkan hingga tanda batas dengan air suling dan bila perlu disaring;
- Larutan siap diukur dengan alat SSA.

6.6.2.3.2 Pembuatan larutan standar

A. Larutan standar baku Cd 100 mg/Kg

- Pipet 10 mL larutan induk kadmium 1000 mg/Kg ke dalam labu ukur 100 mL;
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 , 1N).

B. Larutan standar baku Cd 10 mg/Kg

- Pipet 10 mL larutan induk kadmium 100 mg/Kg ke dalam labu ukur 100 mL;

- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 , 1N).
- C. Larutan standar kerja Cd 0,0 mg/Kg, 0,4 mg/Kg, 0,8 mg/Kg, 1,2 mg/Kg, 1,6 mg/Kg dan 2,0 mg/Kg.
- Pipet (atau menggunakan buret mikro 5 mL) sesuai kebutuhan pembuatan larutan standar kerja di atas dari larutan 10 mg/Kg ke dalam labu ukur 100 mL;
 - Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1 N).

6.6.2.4.3 Pengukuran

- Siapkan peralatan SSA dan optimalkan sesuai dengan petunjuk penggunaannya;
- Posisikan peralatan pada angka nol dengan larutan blangko, ukur absorban larutan standar dan contoh uji;
- Buat kurva kalibrasi larutan standar (setiap kali melakukan pengujian);
- Hitung kadar Cd dalam contoh.

6.6.2.4.4 Pengendalian mutu hasil uji

- Lakukan pengujian minimal duplo, dengan perbedaan antara keduanya tidak boleh lebih dari 8 % (RSD);
- Lakukan pemantauan unjuk kerja alat SSA dengan frekuensi tertentu;
- Lakukan uji recovery/temu balik dengan frekuensi tertentu, dengan kisaran/rentang % recovery adalah 89 % - 115 %.

6.6.2.4.5 Perhitungan

$$\text{Kadar Kadmium (Cd), mg/Kg} = \left(\frac{C \times P \times V}{W} \right)$$

Keterangan:

- C = adalah konsentrasi (mg/Kg) Cd hasil plotting dari kurva kalibrasi atau melalui persamaan garis kurva standar;
- P = adalah faktor pengenceran;
- W = adalah bobot contoh, g;
- V = adalah volume akhir labu, mL.

6.6.3 Timbal (Pb)

6.6.3.1 Prinsip

Analisis timbal dengan SSA berdasarkan pada proses penyerapan energi radiasi atom pada panjang gelombang 283,3 nm.

6.6.3.2 Peralatan

- SSA
- Lampu katoda cekung untuk Pb;
- Labu ukur 100 mL, 500 mL, 1000 mL;
- Pipet volume 1,0 mL, 2,0 mL, 3,0 mL, 5,0 mL, 10,0 mL dan 25,0 mL;

SNI 2803-2012

- Kaca arloji sesuai dengan ukuran gelas piala 125 mL yang digunakan;
- Gelas piala 125 mL;
- Neraca analitik.

6.6.3.3 Perekasi

- Larutan standar induk Pb 1000 mg/Kg;
- Air suling;
- Asam klorida (HCl) pekat, sp.gr 1,18;
- Asam nitrat HNO_3 pekat, sp. gr 1,38;
- Asam perklorat (HClO_4) pekat, sp.gr 1,55.

6.6.3.4 Cara kerja

6.6.3.4.1 Penyiapan contoh

A. Pupuk anorganik dan rock fosfat

- Timbang contoh (1 - 5) g contoh halus (dari penyiapan contoh uji 6.1) ke dalam gelas piala 125 mL;
- Tambah lebih kurang 30 mL asam klorida (HCl) pekat dan 10 mL asam nitrat (HNO_3) pekat;
- Tutup dengan kaca arloji yang sesuai;
- Panaskan hingga mendidih lebih kurang 30 menit di atas pemanas;
- Buka kaca arloji penutup, evaporasi larutan hingga kering di atas pemanas water bath;
- Tambah sejumlah kecil asam klorida (HCl), ulangi evaporasi hingga kering dan biarkan dingin;
- Tambahkan lebih kurang 25 mL HCl (1+5); panaskan hingga larut semua dan dinginkan. Pindahkan ke dalam labu 100 mL sambil dibilas dengan air suling;
- Tepatkan hingga tanda batas dengan air suling dan bila perlu disaring;
- Larutan siap diukur dengan alat SSA.

B. Pupuk yang mengandung zat organik

- Timbang (2-5) g contoh halus (dari penyiapan contoh uji 6.1) ke dalam gelas piala 125 mL;
- Tambah 30 mL asam nitrat (HNO_3) pekat;
- Tutup dengan kaca arloji yang sesuai. Panaskan secara perlahan di atas pemanas listrik. Bila muncul busa hentikan pemanasan biarkan dingin semalam kemudian tambahkan (30 - 50) mL campuran $\text{HClO}_4 - \text{HNO}_3$;
- Panaskan kembali tanpa kaca arloji penutup, hingga uap asam terevaporasi. Bila sudah muncul uap putih, tutup kembali dengan kaca arloji dan panaskan minimal 10 menit hingga larut sempurna sambil sewaktu-waktu digoyang untuk melarutkan zat yang tidak larut;
- Bila destruksi zat organik masih belum sempurna tambahkan sedikit lagi HNO_3 dan panaskan kembali hingga larut sempurna;
- Buka kaca arloji penutup, biarkan kelebihan uap asam menguap dan dinginkan;

- Tambahkan lebih kurang 25 mL HCl (1 + 5), panaskan hingga larut semua;
- Pindahkan ke dalam labu 100 mL sambil dibilas dengan air suling;
- Tepatkan hingga tanda batas dengan air suling dan bila perlu disaring;
- Larutan siap diukur dengan alat SSA.

6.6.3.4.2 Pembuatan larutan standar

A. Larutan standar baku Pb 100 mg/Kg

- Pipet 10 mL larutan induk timbal 1000 mg/Kg ke dalam labu 100 mL;
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1N).

B. Larutan standar baku Pb 10 mg/Kg

- Pipet 10 mL larutan induk timbal 100 mg/Kg ke dalam labu 100 mL;
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1N).

C. Larutan Standar kerja Pb 0,0 mg/Kg, 0,4 mg/Kg, 0,8 mg/Kg, 1,2 mg/Kg, 1,6 mg/Kg, 2,0 mg/Kg

- Pipet sesuai kebutuhan pembuatan larutan standar kerja di atas dari larutan 10 mg/Kg ke dalam labu ukur 50 mL;
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1N).

6.6.3.4.3 Pengukuran

- Siapkan peralatan SSA dan optimalkan sesuai dengan petunjuk penggunaannya;
- Posisikan peralatan pada angka nol dengan larutan blangko, ukur absorban larutan standar dan sampel;
- Buat kurva kalibrasi larutan standar (setiap kali melakukan pengujian);
- Hitung kadar Pb dalam contoh.

6.6.3.4.4 Pengendalian mutu

- Lakukan pengujian minimal duplo, dengan perbedaan antara keduanya tidak boleh lebih dari 8 % (RSD);
- Lakukan pemantauan untuk kerja peralatan SSA dengan frekuensi tertentu, dengan kisaran/rentang % *recovery* adalah 85 % - 115 %.

6.6.3.4.5 Perhitungan

$$\text{Kadar Timbal (Pb), mg/kg} = \left(\frac{C \times P \times V}{W} \right)$$

Keterangan:

C = adalah konsentrasi (mg/kg) Pb hasil plotting dari kurva kalibrasi atau melalui persamaan garis kurva standar;

P = adalah faktor pengenceran;

W = adalah bobot contoh, g;

V = adalah volume akhir labu, mL.

6.7 Arsen (As)

6.7.1 Prinsip

Contoh didestruksi dengan asam menjadi larutan asam arsen. Larutan As^{5+} direduksi dengan KI menjadi As^{3+} dan direaksikan dengan NaBH_4 atau SnCl_2 sehingga terbentuk AsH_3 yang kemudian dibaca dengan Serapan atom uap panas pada panjang gelombang 193,7 nm.

6.7.2 Pereaksi

- Pelarut reduktor;
- 0,6 % NaBH_4 dalam 0,5 % NaOH : larutkan 3 g NaBH_4 dan 2,5 g NaOH dalam 500 mL air suling, atau
- SnCl_2 10 % : timbang 50 g $\text{SnCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ke dalam piala gelas 200 mL. Tambah 100 mL HCl 37 %, setelah larut pindahkan kedalam labu ukur 500 mL, lalu impitkan dengan air suling sampai volume 500 mL;
- Larutan HCl 8 M;
- Kalium Iodida 20% : timbang 20 g KI ke dalam labu ukur 100 mL, dan tambahkan dengan air suling (larutan harus dibuat langsung sebelum digunakan);
- Asam klorida (HCl) pekat;
- Asam sulfat (H_2SO_4) pekat;
- Asam perklorat (HClO_4) pekat.

6.7.3 Peralatan

- SSA yang dilengkapi peralatan VGA atau *Arsen Vapour Unit*;
- Lampu katoda cekung untuk As;
- Pipet ukur : 0,5 mL, 1 mL, 2 mL, 2,5 mL, 5 mL, dan 10 mL;
- Labu ukur 50 mL, 100 mL, 1000 mL;
- Neraca analitik.

6.7.4 Cara kerja

6.7.4.1 Penyiapan contoh

- Timbang contoh (1 - 5) g contoh halus (dari penyiapan contoh uji 6.1) ke dalam gelas piala 125 mL (direkomendasikan cawan porselin);
- Basahi dengan sedikit H_2O ;
- Tambah 2 mL H_2SO_4 , lebih kurang 5 mL (asam nitrat) HNO_3 dan 20 mL (asam perklorat) HClO_4 ;
- Panaskan sampai timbul uap putih HClO_4 hingga hampir kering (hati – hati);
- Biarkan dingin, tambah air suling hingga larut, tambah 0,4 mL larutan KI 20 %;
- Pindahkan ke dalam labu ukur 100 mL sambil bilas, tepatkan hingga tanda batas dengan air suling;

- Larutan siap diukur dengan alat SSA yang dilengkapi peralatan VGA atau *Arsen Vapour Unit*.

6.7.4.2 Pembuatan standar

A. Larutan standar baku As 1000 µg/Kg

- Pipet 1 mL larutan induk arsen 1000 mg/Kg ke dalam labu 1000 mL;
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1N).

B. Larutan standar kerja As 0,0 µg/Kg; 20 µg/Kg; 40 µg/Kg; 60 µg/Kg; 80 µg/Kg; 100 µg/Kg

- Pipet sesuai kebutuhan larutan induk arsen 1000 µg/Kg ke dalam labu 100 mL;
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1N).

6.7.4.3 Pengukuran dan persiapan alat

- Siapkan peralatan SSA yang dilengkapi peralatan VGA atau *Mercury Vapour Unit* dan optimalkan sesuai dengan petunjuk penggunaan peralatan;
- Posisikan peralatan pada angka nol dengan larutan blangko, ukur absorban larutan standar dan contoh uji;
- Buat kurva kalibrasi larutan standar (setiap kali melakukan pengujian);
- Hitung kadar As dalam contoh.

6.7.4.4 Pengendalian mutu hasil uji

- Lakukan pengujian minimal duplo, dengan perbedaan antara keduanya tidak boleh lebih dari 8 % (RSD);
- Lakukan pemantauan untuk kerja alat SSA dengan frekuensi tertentu;
- Lakukan uji *recovery*/temu balik dengan frekuensi tertentu, dengan kisaran/rentang % *recovery* 85 % - 115 %.

6.7.4.5 Perhitungan

$$\text{Kadar Arsen (As), mg/Kg} = \left(\frac{C \times P \times V}{W \times 1000} \right)$$

Keterangan:

- C adalah mg/Kg arsen hasil plotting dari kurva kalibrasi atau melalui persamaan garis kurva standar;
- P adalah faktor pengenceran;
- W adalah bobot contoh (g);
- V adalah volume akhir labu (mL).

7 Syarat lulus uji

Pupuk NPK padat dinyatakan lulus uji apabila memenuhi persyaratan mutu dalam pasal 4.

8 Penandaan

Pada setiap kemasan harus dicantumkan label, dibuat dalam bahasa Indonesia, sekurang-kurangnya mencantumkan:

- Nama produk dan nama dagang;
- Kadar unsur hara N, P_2O_5 , K_2O ;
- Berat bersih;
- Logo SNI;
- Nama perusahaan (produk dalam negeri); atau
- Nama dan alamat importir (produk impor);
- Tulisan "jangan digancu".

9 Pengemasan

Produk dikemas dalam wadah yang tertutup rapat, kuat, tidak mempengaruhi isi dan aman selama penyimpanan dan transportasi.



Bibliografi

SK. Menteri Pertanian Nomor 09/Kpts/TP.260/1/2003, tentang Syarat dan Tata Cara Pendaftaran Pupuk An-Organik.

Official Methods of Analysis of Fertilizers, The National Institute of Agricultural Sciences, Ministry of Agriculture, Forestry and Fisheries, Yatabe-machi, Ibaraki-ken, Japan, 1982

Horwitz, W et al : *Official methods of Analysis of AOAC international 18th Edition, USA, Volume I, 2005, 2.1.05; 2.3.02; 2.4.03.D; 2.5.05; 2.5.06; 2.5.08*

JIS-Hand Book Enviromental Technology, Japanese Standards Asssocation 4-1-24, Akasaka, Minato-ku, Tokyo, Japan, 2002, JIS K 0102-54; 55; 61; 66

SNI 02-3776-2005, *Pupuk fosfat alam untuk pertanian*

